

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号

特表平7-502778

第3部門第3区分

(43)公表日 平成7年(1995)3月23日

(51)Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I
C 0 9 K 3/14	5 5 0 E	9049-4H	
B 2 4 D 3/00	3 2 0 Z	7613-3C	
C 0 8 L 71/02	L Q D	9167-4J	

審査請求 有 予備審査請求 有 (全 7 頁)

(21)出願番号	特願平5-519224
(86) (22)出願日	平成5年(1993)1月5日
(85)翻訳文提出日	平成6年(1994)10月27日
(86)国際出願番号	P C T / U S 9 3 / 0 0 0 4 6
(87)国際公開番号	W O 9 3 / 2 2 1 0 3
(87)国際公開日	平成5年(1993)11月11日
(31)優先権主張番号	8 7 4 , 6 5 4
(32)優先日	1992年4月27日
(33)優先権主張国	米国 (US)

(71)出願人	ロデール インコーポレーテッド アメリカ合衆国 デラウェア州 19713 ニューワーク ベレーヴロード 451 ダ イヤモンド ステート インダストリアル パーク
(72)発明者	ブランカレオニ グレゴリー アメリカ合衆国 デラウェア州 19702 ニューワーク フォーシーズンズドライブ 1-7
(74)代理人	弁理士 辻本 一義

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 表面を研磨及び平坦化する組成物と方法

## (57)【要約】

加工品の表面を研磨又は平坦化するために用いる研磨組成物で、約30%から約50%の酸化セリウム、約8%から約20%のヒュームドシリカ、および約15%から約45%の沈澱シリカから成る。その組成物を使い加工品の表面を研磨又は平坦化するための方法、およびこの方法のより製造される製品。

## 特表平7-502778 (2)

### 特許請求の範囲

1. 加工品の表面を研磨又は平坦化する際に用いられる、約30%から約50%の酸化セリウム、約8%から約20%のヒュームドシリカ、および約15%から約45%の沈澱シリカから成る研磨組成物。
2. 約42.5%から約48.0%の酸化セリウム、約17%から約19%のヒュームドシリカ、および約35%から約39%の沈澱シリカから成る請求項1記載の組成物。
3. 約45%の酸化セリウム、約18%のヒュームドシリカ、および約37%の沈澱シリカから成る請求項1記載の組成物。
4. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約10ナノメートルから約1,200ナノメートルの粒子サイズを有し、さらに沈澱シリカが約25ナノメートルから約4,000ナノメートルの粒子サイズを有する請求項1、2又は3記載の組成物。
5. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約500ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約7ナノメートルから約40ナノメートルの粒子サイズを有し、さらに沈澱シリカが約50ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有する請求項1、2又は3記載の組成物。
6. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約10ナノメートルから約30ナノメートルの粒子サイズを有し、さらに沈澱シリカが約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有する請求項1、2又は3記載の組成物。
7. 水、および、約5重量%から約20重量%の請求項1記載の研磨組成物からなる加工品を研磨又は平坦化するための水性スラリー。
8. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約10ナノメートルから約1,200ナノメートルの粒子サイズを有し、さらに沈澱シリカが約25ナノメートルから約4,000ナノメートルの粒子サイズを有する請求項7記載の水性スラリー。

18. 水、および、約10重量%から約16重量%の請求項3記載の研磨組成物からなる加工品を研磨又は平坦化するための水性スラリー。
19. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約10ナノメートルから約30ナノメートルの粒子サイズを有し、さらに沈澱シリカが約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有する請求項18記載の水性スラリー。
20. オクチルフェニルエチレンオキシド、ノニルフェニルエチレンオキシド、オクチルフェノキシポリエトキシエタノール、およびこれらの物質の調合剤から選択される界面活性剤が、約0.01%から約2.0%含まれている請求項19記載の水性スラリー。
21. 加工品の表面を研磨又は平坦化する方法であって、
  - (a) 請求項7ないし20のいずれかの水性スラリーを、研磨又は平坦化する加工品の表面に塗布する段階、
  - (b) 水性スラリーによって、事前設定された程度まで加工品の表面を機械的および化学的に研磨することによって、加工品表面を研磨又は平坦化する段階、
 からなる方法。
22. さらに、水性組成物をパッドに塗布する段階と、次いで加工品を研磨または平坦化するに十分な時間、十分な圧力でパッドを加工品表面に十分接近させる段階からなる請求項21記載の方法。
23. 加工品が電子素子集積密度が比較的小さい領域と比較的多い領域とを有する半導体ウェーハであり、ウェーハの表面が複数のステップと、そのステップの少なくともも幾つかの間に複数の切れ目を有する請求項22記載の方法。
24. 半導体ウェーハの表面が、その上面にいくらかの加工品の材料も必要とせず、その下面に望ましくは欠陥のない電子構造部品が存在する、事前に設定された平坦レベルを有するもので、さらに、ウェーハの表面を平坦レベルより下にあるウェーハに有害な欠陥を実質的に生じることなく平坦レベルまで平坦化する段階からなる請求項23記載の方法。
25. 請求項21の方法によって製造される平坦化された加工品。

9. さらに約0.01%から約2.0%の界面活性剤を含む請求項8記載の水性スラリー。
10. 界面活性剤が非イオン性界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、陽イオン性界面活性剤、両性イオン性界面活性剤およびこれら調合剤から選択される請求項9記載の水性スラリー。
11. 界面活性剤が、オクチルフェニルエチレンオキシド、ノニルフェニルエチレンオキシド、オクチルフェノキシポリエトキシエタノール、ポリオキシエチレン(10)オクチルフェノール・エーテル、ノニル・フェノール・ポリエーテル、ポリオキシエチレン(20)ソルビタン・モノオレイン酸塩、ポリ(オキシ-1,2-エタンジイール)-アルファ(ノニルフェニル)オメガ-ヒドロキシ、脂肪酸エトキシル酸塩、カルボキシル酸ポリアミン・アミドの塩、陰イオン又はイオン性の特性を持つポリマーのアルキルアンモニウム塩、ポリカルボキシル塩、アクリル酸共重合体およびこれらの物質の調合剤から選択される請求項10記載の水性スラリー。
12. 界面活性剤が、オクチルフェノキシポリエトキシエタノールである請求項11記載の水性スラリー。
13. 組成物のpHを約4から約12に維持するために、さらに酸性または塩基性物質を含む請求項8記載の水性スラリー。
14. 酸性または塩基性物質が、組成物のpHを約6から約11.4に維持する請求項13記載の水性スラリー。
15. 酸性物質が塩酸、硝酸、炭酸および硫酸から選択され、塩基性物質が水酸化カリウム、水酸化アンモニウムおよびエタノールアミンから選択される請求項13記載の水性スラリー。
16. 水、および、約10重量%から約16重量%の請求項2記載の研磨組成物からなる加工品を研磨又は平坦化するための水性スラリー。
17. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約500ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約7ナノメートルから約40ナノメートルの粒子サイズを有し、さらに沈澱シリカが約50ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有する請求項16記載の水性スラリー。

26. 請求項21の方法によって製造される研磨された加工品。

## 明 細 書

## 表面を研削及び平坦化する組成物と方法

## 発明の分野

本発明は、種々の加工品の表面、例えば半導体の表面の研削および平坦化に有用な組成物、ならびにその使用法とこれらの組成物により生産される製品に関するものである。

## 発明の背景

種々の加工品の表面の研削に有用な組成物は、当業界では良く知られている。半導体、ガラス、クリスタル、金属およびセラミック加工品の表面に使用される従来の研削剤組成物は、一般的に通称研削剤またはこれら研削剤の調合物の水性スラリーから成る。周知の研削剤には、酸化セリウム、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化錒、二酸化シリコン、酸化チタン等が含まれる。これらの研削剤を含有する組成物は、一般にまず当該組成物を研削パッド又は研削されるべき表面に塗布 (applying) することにより使用される。研削パッドが欠いて表面に用いられ、これが組成物内部に含まれる研削粒子に表面を機械的に研削させ、この結果として研削作用をもたらす。しかしながら、このような従来の研削剤組成物では、半導体および超小型電子部品技術に要求される、鏡面のような高度に平坦な表面を生ずることはできない。さらに、従来の研削剤組成物は、他の加工品を研削する場合にも、劣悪な研削率および劣悪な表面品質のような欠点を呈している。例えば、このような組成物で研削されたガラス、金属、半導体等の表面は曇り、染み、引っかき傷、オレンジピール (orange peel)、起伏、切り込み、メサ (mesas) のような様々な欠陥を呈する。

従って、研削剤組成物の効率および品質を改善する試みが現在までなされてきた。これらの分野における改善のための2つの方法は、種々の研削剤を組み合わせること、又は、種々の補助剤を組成物に添加すること、あるいはその両方を行うことに向けられてきた。

研削粒子の特定の組み合わせから成る研削剤組成物が、例えば、少なくとも1つの酸化セリウムの結晶相および希土ピコレイ酸塩から成る研削剤組成物を開示する米

国特許第4,601,755号に開示されている。米国特許第4,786,325号は、酸化セリウムおよび少なくとも希土ランタニドやイットリウムの一酸化物から成るガラス研削剤組成物を開示している。同様に、米国特許第4,789,073号は酸化セリウム、3価セリウム塩および任意にピコレイ酸塩やシリカを含む、有機ガラスの表面を研削するセリウム基研削剤組成物を開示している。

研削剤組成物に補助剤を使用の実例は、例えば水、研削剤および研削剤による金属表面の研削有効性を促進するための塩又は塩の組み合わせを含む、金属表面研削に有効な組成物を開示する米国特許第4,959,113号に開示されている。同様に、米国特許第4,462,188号は、コロイド状シリカゾルまたはゲル、水性アミンおよび水性第四アンモニウム塩または塩基から成る研削剤組成物を開示している。米国特許第4,588,421号は、水性コロイド状シリカ溶液、ゲルおよびビベラジンを含む、シリコンウェハを研削するのに有効な組成物を開示している。ビベラジンの添加が、数ある利点のうちの研削有効性の増大をもたらすことが開示されている。米国特許第4,954,142号は、構成部品表面に研削粒子、遷移金属キレート化塩および溶媒から成るスラリーを接触させる段階を備える、電子構成部品を研削する方法を開示している。この特許はさらに、この研削粒子が、シリカ、酸化セリウム、アルミナ、炭化シリコン、窒化シリコン、酸化第二鉄等の一般に使用されているもののいずれでもよいことを開示している。

しかしながら、このような研削剤の組み合わせおよび補助剤の添加によっても、従来の研削剤組成物では、現代の半導体およびマイクロエレクトロニクス技術に要求される平坦化された表面 (planarized surfaces) を作ることはできない。半導体および他の超小型電子部品技術の製作には、一般に超大型集積回路 (VLSI) および超大型集積回路 (ULSI) を含む、数多くの相互接続された構成部品層を組み立てることを必要とする。従って、半導体を研削および平坦化するのに有効な組成物は、表面およびその下方の双方で相互接続された高密度集積回路の多重層から成る場合、非等方、造成表面を研削することが可能でなければならない。半導体の製作に際しては、集積回路が相互接続された層を備える建造物が、多様なサイズ、形状および硬度の構成部品ならびに様々な深さ

20%のヒュームド (fumed) シリカおよび約15%から約45%の沈殿 (precipitated) シリカから成る、加工品表面の研削又は平坦化に用いられる研削剤組成物である。本発明の他の態様は、加工品を研削又は平坦化する水性スラリーである。本水性スラリーは水および重量比で約5%から約20%の本研削剤組成物から成る。

本発明のさらに他の態様は、以下の段階を備える加工品の研削又は平坦化の方法である。

(a) 本研削剤組成物の水性スラリーを、研削又は平坦化されるべき加工品の表面に塗布 (applying) する段階、及び、

(b) 水性スラリーによって、加工品表面を機械的および化学的に事前設定された程度まで研削することにより、加工品表面を研削又は平坦化する段階。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

国特許第4,601,755号に開示されている。米国特許第4,786,325号は、酸化セリウムおよび少なくとも希土ランタニドやイットリウムの一酸化物から成るガラス研削剤組成物を開示している。同様に、米国特許第4,789,073号は酸化セリウム、3価セリウム塩および任意にピコレイ酸塩やシリカを含む、有機ガラスの表面を研削するセリウム基研削剤組成物を開示している。

研削剤組成物に補助剤を使用の実例は、例えば水、研削剤および研削剤による金属表面の研削有効性を促進するための塩又は塩の組み合わせを含む、金属表面研削に有効な組成物を開示する米国特許第4,959,113号に開示されている。同様に、米国特許第4,462,188号は、コロイド状シリカゾルまたはゲル、水性アミンおよび水性第四アンモニウム塩または塩基から成る研削剤組成物を開示している。米国特許第4,588,421号は、水性コロイド状シリカ溶液、ゲルおよびビベラジンを含む、シリコンウェハを研削するのに有効な組成物を開示している。ビベラジンの添加が、数ある利点のうちの研削有効性の増大をもたらすことが開示されている。米国特許第4,954,142号は、構成部品表面に研削粒子、遷移金属キレート化塩および溶媒から成るスラリーを接触させる段階を備える、電子構成部品を研削する方法を開示している。この特許はさらに、この研削粒子が、シリカ、酸化セリウム、アルミナ、炭化シリコン、窒化シリコン、酸化第二鉄等の一般に使用されているもののいずれでもよいことを開示している。

しかしながら、このような研削剤の組み合わせおよび補助剤の添加によっても、従来の研削剤組成物では、現代の半導体およびマイクロエレクトロニクス技術に要求される平坦化された表面 (planarized surfaces) を作ることはできない。半導体および他の超小型電子部品技術の製作には、一般に超大型集積回路 (VLSI) および超大型集積回路 (ULSI) を含む、数多くの相互接続された構成部品層を組み立てることを必要とする。従って、半導体を研削および平坦化するのに有効な組成物は、表面およびその下方の双方で相互接続された高密度集積回路の多重層から成る場合、非等方、造成表面を研削することが可能でなければならない。半導体の製作に際しては、集積回路が相互接続された層を備える建造物が、多様なサイズ、形状および硬度の構成部品ならびに様々な深さ

20%のヒュームド (fumed) シリカおよび約15%から約45%の沈殿 (precipitated) シリカから成る、加工品表面の研削又は平坦化に用いられる研削剤組成物である。本発明の他の態様は、加工品を研削又は平坦化する水性スラリーである。本水性スラリーは水および重量比で約5%から約20%の本研削剤組成物から成る。

本発明のさらに他の態様は、以下の段階を備える加工品の研削又は平坦化の方法である。

(a) 本研削剤組成物の水性スラリーを、研削又は平坦化されるべき加工品の表面に塗布 (applying) する段階、及び、

(b) 水性スラリーによって、加工品表面を機械的および化学的に事前設定された程度まで研削することにより、加工品表面を研削又は平坦化する段階。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

本発明はまた、ここに開示および請求された研削又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

## 発明の要約

本発明の態様の一つは、約30%から約50%の酸化セリウム、約8%から約

## 定義

ここに使用される「粒子サイズ」は、粒子の平均直径を、あるいは粒子が実質的に球状でない場合は、粒子の平均最大寸法を示す。

ここで用いられる「パーセント」あるいは「%」は、他の指定がない限り、あるいはそれが用いられている文脈から明らかでない限り、本組成物中の研削剤成分の全重量に対する表示成分の重量による百分比を示す。

## 好ましい実施例の詳細な説明

本発明の研削剤組成物は約30%から約50%の、好ましくは約42.5%から約48.0%の酸化セリウム成分を含有する。最も好ましくは、本組成物は約45%の酸化セリウムを含有する。本組成物で用いられる酸化セリウムは、約100ナノメートルから約2,000ナノメートル、好ましくは約100ナノメートルから約500ナノメートルの粒子サイズを有する。最も好ましくは、酸化セリウムは、約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有する

ものとする。本組成物中に用いられる酸化セリウムは、トリウムのような放射性微量元素を含まずに、好ましくは少なくとも約99.9%の純度で、化学的に精製されることが好ましい。

本発明の研磨組成物はさらに、約8%から約20%の、好ましくは約17%から約19%のヒュームドシリカ成分を含有する。ヒュームドシリカは、幾つかの企業から市販されている。一般にはヒュームドシリカ(ヒュームド二酸化シリコン)は、四酸化シリコンのような揮発性シラン化合物の加水分解により、酸素・水素混合ガスの炎中で製造される。その製造技術は周知であり、文献化されている。最も好ましくは、本研磨剤組成物は約18%のヒュームドシリカを含有するものとする。本組成物で用いられるヒュームドシリカは、約10ナノメートルから約1,200ナノメートルの、好ましくは約7ナノメートルから約40ナノメートルの、最も好ましくは約10ナノメートルから約30ナノメートルの粒子サイズを有するものとする。

本組成物はまた、約15%から約45%の、好ましくは約35%から約39%までの沈澱シリカを含有するものとする。沈澱シリカもまた、幾つかの企業から市販で入手できる。一般的に、沈澱シリカ(沈澱二酸化シリコン)は、ナトリウムケイ酸塩(水ガラス)のようなアルカリケイ酸塩溶液を、硫酸のような硫酸と、一般的にアルカリ反応の状態で反応させることにより製造される。シリカは、沈澱により形成される主要な反応生成物である。そのシリカが濾過、洗浄、乾燥され、次いで他の反応生成物から分離される。これら手順のすべてが当業者に周知の標準的技法である。好ましくは、本組成物は約35%から約39%の、最も好ましくは約37%の沈澱シリカ成分を含有するものとする。本研磨組成物で有効な沈澱シリカは約25ナノメートルから約4,000ナノメートルの、好ましくは約50ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有する。最も好ましくは、沈澱シリカは約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有するものとする。沈澱シリカはそれに約1%以下のナトリウムを含有する程度の純度を有することがさらに好ましい。

本発明に従う現在より好ましい組成物は、粒子サイズが約100ナノメートルから約2,000ナノメートルの酸化セリウムを約45%、粒子サイズが約10

ナノメートルから約1,200ナノメートルのヒュームドシリカを約18%、さらに粒子サイズが約25ナノメートルから約4,000ナノメートルの沈澱シリカを約37%含有するものとする。

本発明は、望ましい成果を挙げるためには、ヒュームドシリカと沈澱シリカの双方が、酸化セリウム(セリア)と組み合わせで用いられなければならないという重大な発見に基づく。これら2種の異なるタイプのシリカの異なる性質は、酸化セリウムも加えて、その理由が現在解明されていないにも関わらず、本発明の研磨組成物および水性スラリーの研磨能力を高める要因である。これは3種の研磨剤、即ち、酸化セリウム、沈澱シリカおよびヒュームドシリカの組み合わせであり、その組み合わせが本研磨用組成物に優れた平坦化能力を与えている。本発明の水性スラリーは、酸化セリウムのみ、ヒュームドシリカのみ、又は沈澱シリカのみ、あるいはこれら3種の研磨成分の内2種のみの組み合わせの水性スラリーと比較して、より優れた研磨および平坦化能力をみせる。本発明におけるこれらの特殊な研磨剤の組み合わせが、より優れた平坦化作用に帰着する相乗効果をもたらす。

加工品表面の研磨および平坦化のため使用されるとき、本組成物は、本組成物と水から成る水性スラリーの形で用いられる。本発明の組成物から成る水性スラリーは、当業界の技術者にとって明白な適切な方法で調製され得る。しかしながら、本組成物は、適量の水が入った適切な容器に研磨組成物の固形成分を添加して、高出力、高速回転ブレンダー又はホモジナイザー等により混合することで調製されることが好ましい。混合又は混合は、均質な組成物が得られるまで続けるものとする。

本研磨組成物と水から成るスラリーは、種々の界面活性剤化合物又は界面活性剤化合物の混合物をさらに含むことができる。界面活性剤化合物は懸濁剤として作用し、その結果本組成物の調整を促進する。界面活性剤の添加は、本研磨組成物を含有する水性スラリーがチキソトロピー組成物の形をとることを許容するように作用する。さらに、界面活性剤化合物は「引っかかり防止」効果を研磨又は平坦化されている加工品表面に与え、これにより研磨剤により生じる表面欠陥の程度をさらに軽減すると考えられる。

界面活性剤化合物は、スラリー組成物の重量を基に、スラリー組成物中約0.01%から約2.0%、好ましくは約0.015%から約0.15%の量が含まれてよい。適切な界面活性剤化合物は、当業者に周知の数多くの非イオン、陰イオン、陽イオン又は両性イオン界面活性剤のいずれかを含んでいる。特定用途への適切な界面活性剤の使用は、本開示によって当業者に明らかになるであろう。しかしながら、オクチルフェニルエチレンオキシド、ノニルフェニルエチレンオキシド、オクチルフェノキシポリエトキシエタノール、ポリオキシエチレン(10)オクチルフェノール・エーテル、ノニル・フェノール・ポリエーテル、ポリオキシエチレン(20)ソルビタン・モノオレイン酸塩、ポリ(オキシ-1,2-エタンディール)-アルファ(ノニルフェニル)オメガ-ヒドロキシ、脂肪族エトキシアルコール、カルボキシアルコールアミン・アミドの塩、陰イオン又はイオン性の特性を持つポリマーのアルキルアンモニウム塩、ポリカルボキシル酸、アクリル酸共重合体およびこれらの物質の混合物が界面活性剤として用いられるのが好ましい。最も好ましくは、非イオン性界面活性剤、オクチルフェノキシポリエトキシエタノールが本組成物における界面活性剤として用いられるものとする。この界面活性剤は、ローランドハース社(Rohm and Haas Co.)の「TRITON® X-102」として市販されている。

一般に、本組成物の水性スラリーは、約4から約12のpHに、好ましくは約6から約11.4のpHに維持されるべきである。望ましい範囲内にpHを維持するために、本組成物はさらに、適切な酸性または塩基性物質を、pHを維持するのに適切な量含むことができる。本組成物中で用いられる適切な酸性または塩基性物質の例は、塩酸、硝酸、硫酸、硫酸、水酸化カリウム、水酸化アンモニウム又はエタノールアミン等である。適切な酸性および塩基性物質ならびに特定用途のためのそれらの適切な量は、本開示によって当業者に明らかとなるであろう。

本発明はさらに、(a)本研磨組成物の水性スラリーを、研磨又は平坦化されるべき加工品の表面に塗布(applying)する段階と、(b)水性スラリーによって、加工品表面を機械的および化学的に事前設定された程度まで研磨することにより、加工品表面を研磨又は平坦化する段階とを備えた、加工品表面を研磨又は

平坦化する方法に関するものである。

このような方法に用いられると、本組成物は、事前に設定された所望の程度まで加工品表面を機械的および化学的に研磨および得られるように作用する。本組成物は、加工品の水平表面にのみ作用して加工品の下方結晶形態および構造に影響を及ぼさず、ことなく平坦で平滑な無欠陥の表面をつくる。

加工品表面を研磨又は平坦化するために用いられるとき、本組成物は最終固体濃度として重量比で本研磨組成物の約5%から約20%の固体濃度を有する水性組成物として一般的に用いられる。好ましくは、組成物は重量比で約10%から約16%の最終固体濃度を有するものとする。

限定されなく様々な加工品を研磨するのに使用されるものの、本方法は半導体の製作に際して相互接続された集積回路の表面を研磨又は平坦化するのに使用すると都合が良い。本組成物は、多様なサイズ、形状および硬度の構成部品ならびに溝、穴および窪みを含むであろう絶縁層を事前設定された平坦レベル(プレーナレベル)まで研磨するため用いられる。一旦非晶質(amorphous)シリカのような絶縁層の研磨が完了すれば、タンダステンのような導体層が化学腐蝕法により無膜表面上部に露着される。この表面が次いで所望の程度までさらに平坦化あるいは研磨される。

このようにして、本組成物は複合的で非均質的な半導体ウェーハの表面を研磨又は平坦化し、半導体技術に必要な極めて平坦で水平な表面をつくるのに用いることができる。本組成物は、その上面にいかなる加工品の部分も必要とせず、その下面に欠陥のない電子構成部品が存在する、事前に設定された平坦レベルを有する半導体ウェーハの表面を研磨するのに用いることができる。その表面をこの平坦レベルより下にあるウェーハに有害な欠陥を現実的に生じることなく平坦レベルまで平坦化できる。このようにして、本方法は、加工品の表面が複数のステップと、そのステップの間に複数の切れ目を備える、電子素子集積密度が比較的少ない領域と比較的多い領域とを有する半導体ウェーハを研磨又は平坦化するため使用できる。

一般的に、本発明の方法を実施する際に、本組成物は適切な研磨パッドに塗布(applied)される。そのパッドが次いで、十分な時間、十分な圧力で加工品表

面に十分近接して置かれて、事前設定された程度まで加工品の表面を機械的に研磨することでその表面を研磨又は平坦化する。適切な研磨パッドには、本発明の譲受人であるロデール社(Rodel, Inc.) からともに入手可能な、Rodel-IC研磨パッドおよび SUBA-IV研磨パッド等がある。本組成物は、カリフォルニア州サンレイオビスボの R. ハワードストラスバウハ社(R. Howard Strasbaugh Inc.)で製造されている R.H. Strasbaugh 6DS-SP Planarizer、又はアリゾナ州フェニックスのウェステックシステム社(Westech Systems Inc.)の Westech Model 372 自動ウェーハ研磨装置のような、従来のどんな研磨又は平坦化装置でも使用可能である。

本発明につき、以下に実施例をあげて説明するが、それに限定されるものではない。

#### 実施例

##### 実施例 1

下記表 1 に列挙された種々の研磨成分を有する 7 つのサンプル組成物を調製した。すべてのサンプルに使用した酸化セリウムは、ローヌ・プレンセックケミカル社(Rhone-Poulenc Basic Chemicals Co.)から入手可能な、粒子サイズが 300 ナノメートルから 500 ナノメートルの「OPALINE」酸化セリウムである。すべてのサンプルに使用したヒュームドシリカは、デグザ社(Degussa Corporation)から入手可能な、粒子サイズが 15 ナノメートルから 25 ナノメートルの「ABROSIL」シリカであった。すべてのサンプルに使用した沈澱シリカは、デグザ社から入手可能な、粒子サイズが 300 ナノメートルから 500 ナノメートルの「2215」であった。

サンプル研磨組成物の水性スラリーは、表 1 に列挙した比率の総量 100 g の適切な研磨成分を、高速剪断混合機中で限イオン化された 900 g の水に添加することにより調製した。次いですべてのサンプルに、0.14 g の非イオン性界面活性剤オクテルフエノキシポリエトキシエタノールの「TRITON® X-102」を添加した。これらのサンプルは、ウェアリング ラボラトリー ブレンダーあるいはホモジナイザー(Waring Laboratory Blender or Homogenizer)中で、室温で

約 3 分間、完全に混合した。

次いで各サンプルを個別に、加工品の研磨に用いた。研磨された加工品は、平坦回路構成要素(planar circuitry)がある、直径 6 インチのシンコンウェーハであった。研磨パッドに供給した本スラリー組成物は、チネソトロビ的(chisotropic)かつ流動的であった。研磨成分は沈澱せずに懸濁状態を保ち、従って攪拌する必要がなかった。スラリー組成物は室温で用いられた。

各サンプル組成物を、個別にウェーハに塗布した。ウェーハとサンプル組成物を次いで研磨パッドが装備された Strasbaugh 6CA 研磨機にセットした。研磨パッドは、Rodel SUBA IV研磨パッドにマイラーシート(Mylar sheet)を積層し、さらにその上に Rodel IC-60研磨パッドを積層して成る。Rodel IC-60および Rodel SUBA IVパッドは、ロデール社から入手できる。次いでウェーハを、7 psi の一定圧力で 2 分間研磨した。研磨組成物を毎分 150 ml の一定流量で研磨装置に供給した。

各サンプル組成物を、下記の表 1 に列挙されたような、4 種の異なる最終固体濃度で試験した。特に、各サンプル組成物を 5%、8%、10%および 12% の最終固体濃度で試験した。これらの濃度範囲は、ウェーハに塗布された最終組成物における固体の総量を示す。上記条件下での研磨後、ウェーハから除去された材料の量をそのオングストローム単位で計測し、作表した。その結果を表 1 に示す。

表 1

サンプル 番号	研磨組成物 (重量%)			被除去量オングストローム*			
	酸化 セリウム	ヒュームド シリカ	沈澱 シリカ	5 %	8 %	10 %	12 %
1	100	0	0	1800	1850	1900	1900

2	0	100	0	2	2.5	3	3.5
3	0	0	100	2	2.5	3	3.5
4	45	55	0	1800	1600	1300	1100
5	45	0	55	1800	2100	2150	2000
6	0	36	64	2	2.5	3	4
7	45	18	37	1800	2200	4500	3100

\* 表示研磨組成物サンプルの重量に基づく表示濃度を有するスラリーを用いる。

表 1 にみられるように、酸化セリウム、ヒュームドシリカおよび沈澱シリカの組み合わせから成る本組成物水性スラリーは、これらの研磨剤が同一の固体濃度で単独に、もしくは他の組み合わせで水性スラリー中に用いられる場合よりも、著しく多量の材料を除去する。さらに、ヒュームドおよび沈澱シリカを単独で、又は両者の組み合わせで含有する組成物は、比較的少量の材料しか除去しないことがみて取れる。

上述した測定を完了した後、明るい照明下でウェーハ表面を肉眼で目視することにより、および表面を倍率 100 の顕微鏡で調べることで、染み、引っかかり傷、表面欠陥等の存在について検査した。検査されたウェーハ表面には染み、引っかかり傷その他の表面欠陥はみられなかった。

次いで被研磨ウェーハ表面の平坦度(degree of planarity)を、カリフォルニア州マウンテンビューのテンコル社(Tencor Corp.)から入手できる、ウェーハ表面を走査する超精密探針の高さの変位変化を測定する「ALPHASTEP 200 PROFILEMETER」により検査した。この計測器は、約 2,000 ミクロンの長さで

走査する。各被研磨ウェーハ表面につき、元のフィーチャー(feature)の高さと比較して、平坦度からの偏差をオングストローム単位で分析した。各被研磨ウェーハ表面の、元のフィーチャー(feature)の高さと比較した平坦度からのオングストローム単位による偏差を下記の表 2 に示す。

表 2

サンプル	平坦度からの偏差 (単位オングストローム)			
	5 %	8 %	10 %	12 %
1	1800	1250	1825	1800
2	10000	12000	11000	12000
3	12000	11500	12000	12000
4	1600	1200	1400	1200
5	1100	1000	1200	900
6	12000	11500	11500	11500
7	650	480	215	380

上の表 2 に示されたデータからわかるように、本組成物は、同じ固体濃度において、研磨剤のうちの任意の単独の 1 種、または 2 種の研磨剤のみの組み合わせから成る組成物に比べて、元のフィーチャー(feature)の高さからの平坦度が著しく低い偏差を裏証している。

本発明は、その精神又は本質的属性から逸脱することなしに、他の特定な形で実施することができる。従って、本発明は、前述の記載よりもむしろ、発明の範囲を示している添付の特許請求の範囲によるものである。

特表平7-502778 (8)

補正書の写し(翻訳文)提出書

(特許法第184条の8)

平成5年10月27日

特許庁長官 高島 康 殿

1. 特許出願の表示 PCT/US93/00046

2. 発明の名称 表面を研磨及び平坦化する組成物と方法

3. 特許出願人

住所 アメリカ合衆国 デラウェア州 19713  
ニューワーク ベレーヴロード 451  
ダイヤモンド スタート イングストリアル パーク  
名称 ロデール インコーポレーテッド  
代表者 バディンガー ダブリュー、 デイ、

4. 代理人

〒542 大阪市中央区谷町9丁目1番22号

NK谷町ビル13階

電話(06)763-7130番

(7221) 弁理士 辻本一義

5. 補正書の提出年月日

1993年11月15日

6. 添付書類の目録

(1) 補正書の写し(翻訳文)



(差し替えられた英文特許請求の範囲 第29頁の翻訳)

- (a) 請求項7ないし20のいずれかの水性スラリーを、研磨又は平坦化する加工品の表面に塗布する段階、
- (b) 水性スラリーによって、ある程度まで加工品の表面を機械的および化学的に研磨することによって、加工品表面を研磨又は平坦化する段階。
22. さらに、水性組成物をパッドに塗布する段階と、次いで加工品を研磨または平坦化するに十分な時間、十分な圧力でパッドを加工品表面に十分接近させる段階からなる請求項21記載の方法。
23. 加工品が電子素子集積密度が比較的小さい領域と比較的多い領域とを有する半導体ウェーハであり、ウェーハの表面が複数のステップと、そのステップの少なくとも幾つかの間に複数の切れ目を有する請求項22記載の方法。
24. 半導体ウェーハの表面が、その上面にいかなる加工品の材料も必要とせず、その下面に置ましくは欠陥のない電子構造部品が存在する、ある平坦レベルを有するもので、

国際調査報告

International application No. PCT/US93/00046	
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(1): B24D 3/00, C03C 1/48 US CL. 51/792, 509, 519, 199/3.4 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC	
B. FIELDS SEARCHED Maximum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. : Documentation searched other than maximum documentation in the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base used, where practicable, search terms used) Polishing and Carving (s) table and siller.	
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category*	Claims of document, with indicators, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No.
A	US, A, 4,057,939 (Bast) 13 November 1977.
X	US, A, 4,226,623 (Kashiyama et al) 07 October 1980 See col. 2, 11, 46-53, 11, 57-66 and col. 4, 11, 11-19.
A	US, A, 4,588,421 (Payne) 13 May 1994.
A	US, A, 4,601,755 (McIard et al) 22 July 1986.
A	US, A, 4,769,073 (Tany et al) 06 September 1988.
A	US, A, 4,786,325 (Medard et al) 22 November 1988.
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> patent family source. 00	
* Further documents of interest: "1" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "2" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "3" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "4" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "5" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "6" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "7" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "8" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "9" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "10" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "11" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "12" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "13" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "14" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "15" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "16" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "17" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "18" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "19" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "20" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "21" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "22" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "23" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "24" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "25" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "26" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "27" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "28" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "29" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "30" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "31" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "32" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "33" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "34" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "35" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "36" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "37" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "38" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "39" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "40" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "41" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "42" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "43" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "44" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "45" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "46" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "47" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "48" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "49" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "50" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "51" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "52" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "53" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "54" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "55" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "56" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "57" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "58" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "59" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "60" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "61" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "62" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "63" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "64" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "65" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "66" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "67" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "68" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "69" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "70" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "71" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "72" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "73" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "74" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "75" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "76" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "77" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "78" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "79" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "80" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "81" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "82" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "83" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "84" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "85" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "86" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "87" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "88" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "89" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "90" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "91" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "92" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "93" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "94" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "95" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "96" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "97" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "98" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "99" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. "100" Documents published after the international filing date of priority, that are not in conflict with the applicant's claims and are not in conflict with the applicant's claims. 	
Date of the actual completion of the international search 03 MARCH 1993	Date of mailing of the international search report 09 APR 1993
Name and mailing address of the ISA/US Committee of Patents and Trademarks Box PCT Washington, D.C. 20541 Patent No. NOT APPLICABLE	Authorized officer J. THOMPSON W. JAMES WOODS JR. Telephone No. (703) 305-5118

Form PCT/ISA/210 (second sheet) July 1992a

国際調査報告		
		International application No. PCT/US91/00046
F (Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication where appropriate, of the relevant passage	Referred to claim No.
A	US, A, 4,959,113 (Roberts) 23 September 1990	
X	US, A, 5,026,421 (LeLover et al) 23 June 1991 see col. 3, ll. 27-54, col. 4, 7-13, col. 6, ll. 66-68, bridged with col. 7, ll. 1-16, col. 7, ll. 24-49 and ll. 20-27.	1-26

Form PCT/ISA/210 (continuation of annex sheet No. 1) 1992

フロントページの続き

(81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M C, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, SN, TD, TG), AU, BB, BG, BR, CA, FI, HU, JP, KP, KR, LK, MG, MN, MW, NO, NZ, PL, RO, RU, SD

(72) 発明者 ジェンセン エルミール ダブリュー.  
アメリカ合衆国 デラウェア州 19713  
ニューキャッスル サウスデューボンハイウ  
ェー 325  
(72) 発明者 ロバーツ ジョン ヴィー. エイチ.  
アメリカ合衆国 デラウェア州 19713  
ニューワーク ウェナークドライブ 3805